



TITLE:

ケイ光X線分析法に関する若干の研究
(Abstract_要旨)

AUTHOR(S):

富田, 與志郎

CITATION:

富田, 與志郎. ケイ光X線分析法に関する若干の研究. 京都大学, 1970, 工学博士

ISSUE DATE:

1970-03-23

URL:

<http://hdl.handle.net/2433/213340>

RIGHT:

氏 名	富 田 與 志 郎 とみ た よ し ろう
学 位 の 種 類	工 学 博 士
学 位 記 番 号	論 工 博 第 343 号
学位授与の日付	昭 和 45 年 3 月 23 日
学位授与の要件	学 位 規 則 第 5 条 第 2 項 溢 当
学 位 論 文 題 目	ケイ光X線分析法に関する若干の研究

論文調査委員 (主 査) 教授 舟 阪 渡 教授 吉 沢 四 郎 教授 功 刀 雅 長

論 文 内 容 の 要 旨

ケイ光X線分析法を応用する定量分析においては、マトリックス効果にじゅうぶんな注意を払うだけでなく、試料を固形または粉末状としてX線の強度測定に供する場合には、試料の均一性や粒子の大きさの影響も無視できなくなることも考慮しなければならない。

この論文は、上記のことに重点をおき、各種の試料、特に希土類元素を含む鉱石の試料について、これを固体状態で測定に供するときの試料処理法に試料処理法に工夫をこらすとともに、工業分析的な立場から内部標準法、添加法、直接比較法など各種の方法の比較をおこない、これらの試料を迅速かつ簡易に定量する方法を確立することを目的とした研究の結果を述べたものである。すなわち、緒論および第1章では、ケイ光X線分析法全般にわたって論述し、第2章から第11章までには各種の試料を用いておこなった実験の結果とそれに対する考察を述べ、最後に結論を書き加えている。

緒論においては、迅速化との関連においてケイ光X線分析法の特長を述べ、その現状、将来の展望、研究の目的などに触れている。

第1章においては、まずケイ光X線分析法自体について概説し、ケイ光X線強度とマトリックスとの関係、総括質量吸収係数の意義、各定量法（直接比較法、希釈法、内部標準法および添加法）の原理などを数式を用いて論じ、さらに試材の均一性および粒度がケイ光X線強度に及ぼす影響について触れたのち、試料処理において融解操作や沈殿操作を利用することが定量上どのような効果をもたらし得るかについて考察を述べている。

第2章は、モナズ石中のトリウムをの定量に関して述べたもので、ストロンチウムを内部標準とする添加法を採用するとともに、硫酸水素カリウムによる融解と粉碎によってX線測定用粉末を調製することによって、化学分析値とほぼ一級する結果を得ている。また試料自体が示すケイ光X線強度やガンマ線強度についても検討を加えている。

第3章は、第2章とほぼ同様の方法によってモナズ石中のウランを定量した結果について述べたもので

あり、融剤としてはピロ硫酸カリウム、内部標準としては試料中に存在するトリウムが利用されている。

第4章および第5章は、ゼノタイムおよびモナズ石の中のイットリウムの定量を取り扱ったもので、ピロ硫酸カリウムやフッ化水素ナトリウムによる融解と粉碎を含む内部標準—検量線法によって満足すべき結果を得ている。内部標準としてはストロンチウム、ジルコニウムおよびルビジウムが用いられ、定量結果の妥当性についても種々の方法による検証がおこなわれている。

第6章は、鉍物中のジルコニウムの定量について述べたもので、フッ化水素ナトリウムとリン酸水素二ナトリウムとの等量混合物で融解を行なうことによって、内部標準であるストロンチウムを試料とともに融塊中に溶かしこみ、これをそのままX線測定に供する方法を試み、良好な結果を得ている。

第7章は、第6章とほぼ同様な方法（ただしフッ化水素ナトリウムのかわりにフッ化ナトリウムを使用）によって鉄鉍石中の鉄の定量をおこなった結果を、第8章は、第7章とほぼ同様な方法（ただし粉碎操作を併用）によって鉍石および工業製品中のカルシウムの定量をおこなった結果を述べたもので、いずれもコバルトを内部標準とする検量線法によって、化学分析値とほぼ一級する結果を得ることに成功している。

第9章は、混合希土酸化物中のランタンの定量について論じたもので、沈殿操作によって試料を調製し、添加法、直接比較法およびバリウム内部標準法（このときは粉碎操作を併用）の三種を試みている。結果はすべてよく一致し、その妥当性は第4章と類似の方法によって検証されている。なお一試料については、セリウム族を硫酸複塩法で分離し、セリウムを容量分析で、プラセオジム、ネオジムおよびサマリウムを吸光光度法で定量することによって間接的にランタンを定量し、上記三方法の結果とよく一致することを確認している。また検量線用標準試料は、酸化ランタンと酸化第二セリウムで作成すればじゅうぶんであること、および内部標準法によれば、酸化トリウムが共存していても障害とはならないことが示されている。

第10章は、リン鉍石中の鉄について、粉碎だけをおこなって直接比較法を適用したときの結果と溶媒抽出比色法の結果とを比較したものであり、第11章は、上記のリン鉍石についてウランの比色定量値とUL α の強度とを対応させることを試みたものであって、後者においては微量ウランの定量の可能性が示唆されている。

結論では、以上の実験結果を纏めて述べるとともに、融解操作や沈殿操作が定量に好結果をもたらすのは、そのことによって試料と標準試料とが比較的容易に似た状態をとり得るようになるためでことが推論されている。

論文審査の結果の要旨

工業分析においては、分析の精度と正確度とに関する要求とは別に、操作が迅速、簡易であることが特に要請される。この論文に述べられた研究は、ケイ光X線分析法を工業分析に利用するにあたり、簡単な試料処理によって正確な結果を得る方法を開発することを目的としておこなわれたものである。

試料処理法としては、試料を融剤とともに融解し、これを粉碎して測定に供する方法のほか、融塊のまま測定に供する方法も試みられている。後者の方法は、鉍物中のジルコニウム、鉄鉍石中の鉄などを定量

するのに適用して好結果をあげているが、特に簡易、迅速という点からみて注目すべきものである。

融剤としては、硫酸水素カリウム、ピロ硫酸カリウム、フッ化水素ナトリウム、リン酸水素二ナトリウム、およびフッ化ナトリウム（ないしこれらの混合物）が対象物質の種類に応じて適切に使われており、また定量値を求める方法としては、直接比較法、添加法、内部標準法、および希釈法（ないしこれらの組み合わせ）がよく比較検討されて適切に選択されている。そしてその結果、上記の二試料のほか、モナズ石およびゼノタイム中のイットリウム、鉍石ないし工業製品中のカルシウムを迅速、簡易かつ正確に定量することに成功している。なお著者の提案したイットリウム定量法はJ I S分析法として採用されている。

一方、混合希酸化物中のランタンについては、沈殿操作による試料調製をおこなっているが、検量線用標準試料の作成方法の簡易化を試みて良好な結果を得るとともに、内部標準法によるならば、混合希土酸化物中に酸化トリウムが共存していても定量が可能であることを示している。またリン鉍石中の鉄およびウランについては、試料を粉砕するだけで簡易定量が可能であることを認めている。

なおイットリウムやランタンの分析結果については、化学分析による妥当性の検証が困難である。著者は、この点を克服するため、ケイ光X線分析法自体のデータを用いていろいろな角度から定量結果の妥当性を論じており、検証方法として注目すべきものがある。

要するに以上の研究において、著者がケイ光X線分析の諸原理を発展させつつ各種の試料について開拓したケイ光X線分析法は、学術上価値ある知見を含むばかりでなく、その実用性において工業上寄与するところが少なくない。よってこの論文は工学博士の学位論文として価値あるものと認める。